

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Yuji YOSHIKAWA, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: ANTIREFLECTION FILM AND MAKING METHOD

**REQUEST FOR PRIORITY**

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_, is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §120**.

☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119(e)**:  
**Application No.** \_\_\_\_\_ **Date Filed** \_\_\_\_\_

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of **35 U.S.C. §119**, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

**COUNTRY**

Japan

**APPLICATION NUMBER**

2002-279456

**MONTH/DAY/YEAR**

September 25, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

☒ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

☐ were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_

☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number \_\_\_\_\_

Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_; and

☐ (B) Application Serial No.(s)

☐ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Customer Number

**22850**

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

**C. Irvin McClelland**  
**Registration Number 21,124**

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 9月25日

出願番号

Application Number:

特願2002-279456

[ST.10/C]:

[JP2002-279456]

出願人

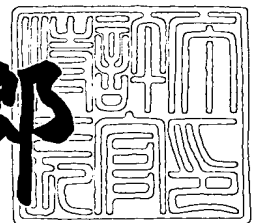
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2003年 2月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3009605

【書類名】 特許願

【整理番号】 14418

【提出日】 平成14年 9月25日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C09D183/04

【発明者】

    【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

    【氏名】 吉川 裕司

【発明者】

    【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

    【氏名】 山谷 正明

【特許出願人】

    【識別番号】 000002060

    【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100079304

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小島 隆司

【選任した代理人】

    【識別番号】 100114513

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 重松 沙織

【選任した代理人】

    【識別番号】 100120721

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小林 克成

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003207

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 反射防止膜及び反射防止膜の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基材上の少なくとも一面に形成される反射防止膜であって、

(A) 酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる 1 種以上を含む平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m の金属酸化物微粒子と、

(B) 1 分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 1 個以上有する化合物及び／又は (C) 1 分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 2 個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤 (1) の硬化物からなる高屈折率層と、

(D) 内部に空隙を有する平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m のシリカ系無機酸化物微粒子と、

(B) 1 分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 1 個以上有する化合物及び／又は (C) 1 分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 2 個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤 (2) の硬化物からなる低屈折率層と

が順次積層されたことを特徴とする反射防止膜。

【請求項 2】 基材上の少なくとも一面に形成される反射防止膜であって、

(A) 酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる 1 種以上を含む平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m の金属酸化物微粒子と、

(B) 1 分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 1 個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤 (1) の硬化物からなる高屈折率層と、

(D) 内部に空隙を有する平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m のシリカ系無機酸化物微粒子と、

(C) 1 分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 2 個以上有する化合物と  
を主成分とするコーティング剤 (2) の硬化物からなる低屈折率層と  
が順次積層されたことを特徴とする請求項 1 記載の反射防止膜。

【請求項 3】 (B) 成分が、1 分子中にアクリル基を 2 個以上有する化合物である請求項 1 又は 2 記載の反射防止膜。

【請求項 4】 (B) 成分が、1 分子中にアクリル基を 2 個以上とベンゼン環とを有する化合物である請求項 1 又は 2 記載の反射防止膜。

【請求項 5】 (C) 成分が、1 分子中に、3, 4-エポキシシクロヘキシル基を 2 個以上有する化合物である請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項記載の反射防止膜。

【請求項 6】 (C) 成分が、 $-R^1CH_3SiO-$  単位 ( $R^1$  は 3, 4-エポキシシクロヘキシル基を有する置換基) を 2 個以上有し、分子量が 500 以上 2100 以下、エポキシ当量が 180 以上 270 以下で、アルコキシ基を含有しないシリコン化合物である請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項記載の反射防止膜。

【請求項 7】 コーティング剤 (1) 及び (2) が、それぞれ更に (E) ラジカル開始剤及び／又は (G) 光酸発生剤を含有する請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項記載の反射防止膜。

【請求項 8】 (G) 成分の光酸発生剤が、 $R^4_2I^+X^-$  ( $R^4$  は  $-C_6H_4-R^5$  で示される基であって、 $R^5$  は炭素数 6 以上のアルキル基を示し、 $X^-$  は  $SbF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $BF_4^-$ 、 $HSO_4^-$ 、 $ClO_4^-$ 、 $Cl^-$  又は  $CF_3SO_3^-$  である) で表されるものである請求項 7 記載の反射防止膜。

【請求項 9】 コーティング剤 (1) 及び (2) の硬化物が、それぞれ活性化エネルギー線の照射により硬化されたものであることを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれか 1 項記載の反射防止膜。

【請求項 10】 基材上の少なくとも一面に請求項 1 乃至 9 のいずれか 1 項記載の反射防止膜が形成された反射防止膜付き物品。

【請求項 11】 基材上の少なくとも一面に、(E) ラジカル開始剤及び必要に応じて (F) 溶剤を含む請求項 1 又は 2 記載のコーティング剤 (1) を塗布

し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成し、更に、（Ｇ）光酸発生剤及び必要に応じて（Ｈ）溶剤を含む請求項１又は２記載のコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成することを特徴とする反射防止膜付き物品の製造方法。

【請求項１２】 必要に応じて剥離層が形成された仮の基材の一面に、（Ｇ）光酸発生剤及び必要に応じて（Ｈ）溶剤を含む請求項１又は２記載のコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成し、更に、（Ｅ）ラジカル開始剤及び必要に応じて（Ｆ）溶剤を含む請求項１又は２記載のコーティング剤（１）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成し、これを反射防止膜を積層する基材に接着剤又は粘着剤によって貼り付けた後、上記仮の基材を剥離することを特徴とする反射防止膜付き物品の製造方法。

【請求項１３】 必要に応じて剥離層が形成された仮の基材の一面に、（Ｇ）光酸発生剤及び必要に応じて（Ｈ）溶剤を含む請求項１又は２記載のコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成し、更に、（Ｅ）ラジカル開始剤及び必要に応じて（Ｆ）溶剤を含む請求項１又は２記載のコーティング剤（１）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成し、その上にこれを反射防止膜を積層する基材に貼り付けるための接着剤層又は粘着剤層を設けたことを特徴とする反射防止膜付き物品形成用積層体。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【０００１】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、高屈折率層と低屈折率層をと有し、活性化エネルギー線の照射により硬化し、反射防止能、透明性、密着性、処理コスト、処理時間に優れた反射防止膜、反射防止膜の製造方法及び反射防止膜形成用積層体に関する。

##### 【０００２】

##### 【従来の技術】

ブラウン管や液晶モニター等、情報視認用表示端末が普及するにつれて、使用

環境における外部光の反射により、眼精疲労、視力低下等の諸問題が発生し、このため、外部光の映り込みが少ない情報視認用表示端末が求められてきている。このような問題を解決するために反射防止膜を情報視認用表示端末に直接施すことが行われており、かかる反射防止膜は、膜厚をコントロールした高屈折率層と低屈折率層の積層による入射光の干渉作用を利用したものが一般的であった。

#### 【 0 0 0 3 】

従来、無機酸化物やフッ素含有無機化合物を真空蒸着やスパッタリングで多層被覆せしめる物理的手法が一般的であった（特開平 6 - 1 1 6 0 1 号、特開平 7 - 6 0 8 5 6 号、特開 2 0 0 0 - 2 8 4 2 3 5 号公報）が、この方法では、反射防止膜を施した製品の製造には高価な真空蒸着装置やスパッタリング装置を使用する必要があり、処理時間や処理コストがかかりすぎるため、安価な情報視認用表示末端に適応するのが困難であった。

一方、有機シラン化合物、無機微粒子などからなるコーティング剤を多層被覆せしめる化学的手法（特開 2 0 0 1 - 2 9 3 8 1 3 号公報）は、高価な装置が不要である等の利点がある。この方法で行おうとした場合、高屈折率用コーティング剤としては、高屈折率化に有効である酸化チタン等が一般的に利用されている（特許第 3 0 3 1 5 7 1 号、特開 2 0 0 0 - 2 0 4 3 0 1 号公報）。

特に、チタンを含有するアルコキシド等や無機微粒子と多官能アクリレート又は多官能エポキシ化合物からなる光硬化型コーティング剤が一般的である（特開 2 0 0 0 - 6 4 0 2 号、特開 2 0 0 0 - 4 7 0 0 4 号、特開 2 0 0 0 - 1 4 3 9 2 4 号、特開 2 0 0 0 - 2 6 6 9 0 8 号、特開 2 0 0 0 - 3 2 9 9 0 3 号、特開 2 0 0 1 - 1 6 4 1 1 7 号公報）。

また、低屈折率コーティング剤としては、フッ素原子を含有する化合物を含有するものが一般的である（特許第 2 8 0 0 2 5 8 号、特開平 1 0 - 1 4 7 7 4 0 号公報）。しかし、その多くが加熱処理が必要とされ、基材が限定されること、硬化時間が長い上、硬度が低い等の問題がある。

#### 【 0 0 0 4 】

これらの問題を解決するため、フッ素原子を含有する化合物を含有する光硬化型の材料も利用されている（特開平 8 - 3 1 3 7 0 4 号、特開 2 0 0 1 - 2 6 4



508号、特開2002-22905号、特開2002-53804号、特開2002-53805号、特開2002-69426号公報）。また、高硬度化を目的に金属酸化物微粒子を含有する光硬化型の材料も利用されている（特開2001-316604号公報）。しかし、フッ素系材料を使用した被膜上に膜形成できないという問題があり、低屈折率層上に高屈折率層を設ける必要がある転写型の反射防止膜に不適當である。

## 【0005】

そこで、フッ素系材料以外の低屈折率コーティング剤が望まれており、無機酸化物ゾルとシランカップリング剤からなるコーティング剤（特開2001-31891号公報）、50～100nmの粒径を含有するシリカゾルと多官能アクリレートでナノポーラス構造を形成する方法（特開2000-79600号、特開2001-163906号公報）、ミクロ空隙を形成する方法（特開2000-17099号公報）が提案されているが、屈折率はあまり低くはならない。

中空のシリカゾルを利用する方法（特開2001-233611号、特開2002-79616号公報）は、屈折率は低くできるものの、加熱処理が必要とされ、基材が限定されること、硬化時間が長い等の問題がある。

一方、従来より別の基材フィルム上に機能性膜を積層して、転写することで機能性を付与したい基材に機能性をもたせる方法は、表面保護機能、光触媒機能を付与する用途には提案されている（特開平9-227169号、特許第3225859号、特開2001-315285号公報）。しかし、反射防止機能を付与する用途への提案はなされていない。

## 【0006】

## 【特許文献1】

特開平6-11601号公報

## 【特許文献2】

特開平7-60856号公報

## 【特許文献3】

特開2000-284235号公報

## 【特許文献4】

特開 2001-293813 号公報

【特許文献 5】

特許第 3031571 号公報

【特許文献 6】

特開 2000-204301 号公報

【特許文献 7】

特開 2000-6402 号公報

【特許文献 8】

特開 2000-47004 号公報

【特許文献 9】

特開 2000-143924 号公報

【特許文献 10】

特開 2000-266908 号公報

【特許文献 11】

特開 2000-329903 号公報

【特許文献 12】

特開 2001-164117 号公報

【特許文献 13】

特許第 2800258 号公報

【特許文献 14】

特開平 10-147740 号公報

【特許文献 15】

特開平 8-313704 号公報

【特許文献 16】

特開 2001-264508 号公報

【特許文献 17】

特開 2002-22905 号公報

【特許文献 18】

特開 2002-53804 号公報

【特許文献 1 9】

特開 2 0 0 2 - 5 3 8 0 5 号公報

【特許文献 2 0】

特開 2 0 0 2 - 6 9 4 2 6 号公報

【特許文献 2 1】

特開 2 0 0 1 - 3 1 6 6 0 4 号公報

【特許文献 2 2】

特開 2 0 0 1 - 3 1 8 9 1 号公報

【特許文献 2 3】

特開 2 0 0 0 - 7 9 6 0 0 号公報

【特許文献 2 4】

特開 2 0 0 1 - 1 6 3 9 0 6 号公報

【特許文献 2 5】

特開 2 0 0 0 - 1 7 0 9 9 号公報

【特許文献 2 6】

特開 2 0 0 1 - 2 3 3 6 1 1 号公報

【特許文献 2 7】

特開 2 0 0 2 - 7 9 6 1 6 号公報

【特許文献 2 8】

特開平 9 - 2 2 7 1 6 9 号公報

【特許文献 2 9】

特許第 3 2 2 5 8 5 9 号公報

【特許文献 3 0】

特開 2 0 0 1 - 3 1 5 2 8 5 号公報

【0 0 0 7】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、低屈折率層にフッ素化合物を含有していないにもかかわらず高いレベルの反射防止能を有し、活性化エネルギー線の照射により硬化し、高硬度、透明性、密着性、処理コスト、処理時間に優れた反射防止膜及びその製造方法並び

に該反射防止膜の形成された反射防止膜付き物品を提供することを目的とする。  
また、フッ素化合物を含有していないため低屈折率層上に高屈折率層を形成することができ、転写型の反射防止膜形成用積層体を提供することを目的とする。

## 【 0 0 0 8 】

## 【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明者らは、活性化エネルギー線の照射により硬化し、反射防止能、透明性、密着性、処理コスト、処理時間に優れた反射防止膜を得るべく種々検討した結果、金属酸化物微粒子とラジカル反応性化合物からなる高屈折率層、内部に空隙を有するシリカ系無機酸化物微粒子とカチオン反応性化合物からなる低屈折率層を順次積層することによって、上記目的を達成し得ることを見出した。そして、フッ素化合物を含有していないので、転写型の反射防止膜形成用積層体を得ることができると共に、フッ素化合物の問題であった硬度も改良され高硬度となることを見出し、本発明をなすに至った。

## 【 0 0 0 9 】

従って、本発明は、

【 I 】 基材上の少なくとも一面に形成される反射防止膜であって、

(A) 酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる 1 種以上を含む平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m の金属酸化物微粒子と、

(B) 1 分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 1 個以上有する化合物及び／又は (C) 1 分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 2 個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤 ( 1 ) の硬化物からなる高屈折率層と、

(D) 内部に空隙を有する平均粒径 1 ～ 5 0 0 n m のシリカ系無機酸化物微粒子と、

(B) 1 分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 1 個以上有する化合物及び／又は (C) 1 分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも 1 種の基を 2 個以上有する化

合物と

を主成分とするコーティング剤（２）の硬化物からなる低屈折率層と  
が順次積層されたことを特徴とする反射防止膜、

〔ⅠⅠ〕基材上の少なくとも一面に形成される反射防止膜であって、

（Ａ）酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる１種以上を含む平均粒径１～５００ｎｍの金属酸化物微粒子と、

（Ｂ）１分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも１種の基を１個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤（１）の硬化物からなる高屈折率層と、

（Ｄ）内部に空隙を有する平均粒径１～５００ｎｍのシリカ系無機酸化物微粒子と、

（Ｃ）１分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも１種の基を２個以上有する化合物と

を主成分とするコーティング剤（２）の硬化物からなる低屈折率層と  
が順次積層されたことを特徴とする〔Ⅰ〕記載の反射防止膜、

〔ⅠⅠⅠ〕基材上の少なくとも一面に上記反射防止膜が形成された反射防止膜付き物品

を提供する。また、本発明は、

〔ⅠⅤ〕基材上の少なくとも一面に、（Ｅ）ラジカル開始剤及び必要に応じて（Ｆ）溶剤を含む上記〔Ⅰ〕又は〔ⅠⅠ〕記載のコーティング剤（１）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成し、更に、（Ｇ）光酸発生剤及び必要に応じて（Ｈ）溶剤を含む上記〔Ⅰ〕又は〔ⅠⅠ〕記載のコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成することを特徴とする上記〔ⅠⅠⅠ〕記載の反射防止膜付き物品の製造方法、

〔Ⅴ〕必要に応じて剥離層が形成された仮の基材の一面に、（Ｇ）光酸発生剤及び必要に応じて（Ｈ）溶剤を含む上記〔Ⅰ〕又は〔ⅠⅠ〕記載のコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成し、更に、（Ｅ）ラジカル開始剤及び必要に応じて（Ｆ）溶剤を含む上記〔Ⅰ〕又は〔

【 I I 】 記載のコーティング剤 ( 1 ) を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜 ( 1 ) を形成し、これを反射防止膜を積層する基材に接着剤又は粘着剤によって貼り付けた後、上記仮の基材を剥離することを特徴とする上記 【 I I I 】 記載の反射防止膜付き物品の製造方法、

【 V I 】 必要に応じて剥離層が形成された仮の基材の一面に、 ( G ) 光酸発生剤及び必要に応じて ( H ) 溶剤を含む上記 【 I 】 又は 【 I I 】 記載のコーティング剤 ( 2 ) を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜 ( 2 ) を形成し、更に、 ( E ) ラジカル開始剤及び必要に応じて ( F ) 溶剤を含む上記 【 I 】 又は 【 I I 】 記載のコーティング剤 ( 1 ) を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜 ( 1 ) を形成し、その上にこれを反射防止膜を積層する基材に貼り付けるための接着剤層又は粘着剤層を設けたことを特徴とする上記 【 I I I 】 記載の反射防止膜付き物品の形成用積層体を提供する。

#### 【 0 0 1 0 】

以下、本発明につき更に詳しく説明する。

( A ) 成分は、高屈折率能付与成分であり、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる 1 種以上を含む金属酸化物微粒子であり、これらを水又は有機溶媒中にコロイド状に分散した分散液として用いることができる。これらの酸化物の他、酸化ケイ素、酸化ホウ素、酸化アンチモン、酸化モリブデン、酸化亜鉛、酸化タングステン等の酸化物を含有する複合酸化物でも構わない。

#### 【 0 0 1 1 】

分散媒は有機溶剤が好ましく、例えば、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、オクタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ダイアセトンアルコール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；酢酸エチル、酢酸ブチル、乳酸エチル、 $\gamma$ -ブチロラクトン、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等のエステル類；エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノブ

チルエーテル等のエーテル類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；ジメチルフォルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン等のアミド類を挙げることができる。中でも、メタノール、イソプロパノール、ブタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ダイアセトンアルコールメチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンが好ましい。

## 【0012】

金属酸化物微粒子の平均粒径は1～500nmであり、より好ましくは1～200nmである。平均粒径が200nmを超えると、硬化物としたときの透明性が低下したり、被膜としたときの表面状態が悪化する傾向がある。更に、これらの微粒子が塗布液中での分散安定性を高めるため、微粒子表面を有機ケイ素化合物等で表面処理したものを使用することもできる。

## 【0013】

なお、上記分散液中での酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ、これらの複合酸化物の濃度は、1～70重量%、特に5～40重量%が好ましい。

## 【0014】

(D)成分は低屈折率能付与成分であり、内部に空隙を有する平均粒径1～500nmのシリカ系無機酸化物微粒子であり、(A)成分と同様に、分散液として用いることができる。このシリカ系無機酸化物微粒子は、外殻層を有し、内部が多孔質又は空洞となっている粒子であり、無機化合物粒子内部の空隙は多孔質又は空洞のいずれでもよく、空隙率は10体積%以上とすることができる。なお、この空隙は透明被膜中においても維持される。空隙内は、無機化合物粒子の調製時に使用した溶媒、気体などの内容物で充填されている。このような無機化合物粒子の平均粒径は、1～500nm、好ましくは5～200nmの範囲にあることが望ましい。

## 【0015】

また、外殻層の厚さは、1～20nm、好ましくは1～15nmの範囲にあることが望ましい。外殻層の厚さが1nm未満の場合は、粒子が完全に被覆されていないことがあり、マトリックスを形成するために使用される(D)成分などが

容易に無機化合物粒子の内部に進入して内部の多孔性が減少し、低屈折率の効果が十分に得られないことや粒子形状を維持できないこと等の問題が生じるおそれがある。また、外殻層の厚さが20nmを超えると、外殻層の割合が高くなるために、粒子内部の多孔質物質の割合が低下又は空洞容積が低下し、低屈折率の効果が十分に得られなくなることがある。

## 【0016】

外殻層は、シリカを主成分とすることが好ましい。また、無機化合物粒子の外殻層にはシリカ以外の成分が含まれていてもよく、具体的には、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ、酸化ホウ素、酸化アンチモン、酸化モリブデン、酸化亜鉛、酸化タングステンからなる群から選ばれる酸化物が用いられる。外殻層内部の多孔質を構成する化合物としては、シリカからなるもの、シリカとシリカ以外の無機化合物とからなるもの、 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{NaF}$ 、 $\text{NaAlF}_6$ 、 $\text{MgF}$ などからなるものが挙げられる。このうち特にシリカ単独及びシリカとシリカ以外の無機化合物との複合酸化物からなるものが好適である。シリカ以外の無機化合物としては、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ、酸化ホウ素、酸化アンチモン、酸化モリブデン、酸化亜鉛、酸化タングステンからなる群から選ばれる1種以上を挙げることができる。

## 【0017】

なお、分散媒としては、(A)成分の場合と同様のものが使用できる。また、分散液中におけるシリカ系無機酸化物微粒子の濃度は、1～70重量%、特に5～40重量%であることが好ましい。

## 【0018】

上記(A)、(D)成分としては、それぞれ市販品を使用することができ、例えば、(A)成分としては、オプトレイク(触媒化成)、TSK-5(石原産業)、タイノック(多木化学)、HITゾル(日産化学)等が挙げられ、(D)成分としてはオスカル(触媒化成)等が挙げられる。

## 【0019】

(B)成分は、(A)成分又は(D)成分のバインダーであり、特に(A)成



分のバインダーとして適している。これは、1分子中にアクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる少なくとも1種の基を1個以上有する化合物であり、好ましくは、1分子中にアクリル基を2個以上有する化合物で、更には、2個以上のアクリル基に加えてベンゼン環を有する化合物である。

## 【0020】

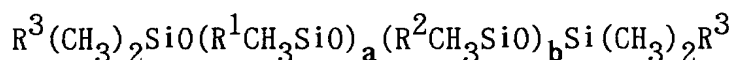
1分子中にアクリル基を2個以上有する化合物としては、ポリエチレングリコールジアクリレート、グリセリントリアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、アルキル変性ジペンタエリスリトールペンタエリスリトール等が挙げられ、更にベンゼン環を有する化合物としては、エチレンオキサイド変性ビスフェノールAジアクリレート、変性ビスフェノールAジアクリレートエチレングリコールジアクリレート、エチレンオキサイドプロピレンオキサイド変性ビスフェノールAジアクリレート、プロピレンオキサイドテトラメチレンオキサイド変性ビスフェノールAジアクリレート、ビスフェノールA-ジエポキシ-アクリル酸付加物、エチレンオキサイド変性ビスフェノールFジアクリレート、ポリエステルアクリレート等が挙げられる。

## 【0021】

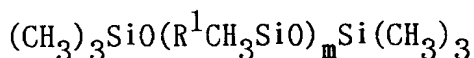
(C)成分は、(A)成分又は(D)成分のバインダーであり、特に(D)成分のバインダーとして適している。これは、1分子中にエポキシ基及びオキセタン基から選ばれる少なくとも1種の基を2個以上有する化合物である。好ましくは1分子中に3,4-エポキシシクロヘキシル基を有する化合物であり、より好ましくは $-R^1CH_3SiO-$  ( $R^1$ : 3,4-エポキシシクロヘキシル基を有する置換基) 単位を2個以上有し、分子量が500以上2100以下、エポキシ当量が180以上270以下で、アルコキシ基を含有しない直鎖構造、環構造又は分岐構造のシリコン化合物である。

## 【0022】

直鎖構造体としては、



で示されるものが好ましく、更に好ましくは、



で示されるものである。

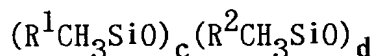
#### 【0023】

ここで、 $\text{R}^1$ はエポキシシクロヘキシル基を有する1価の有機基であり、具体的には3, 4-エポキシシクロヘキシルエチル基等のエポキシシクロヘキシルアルキル基が挙げられる。 $\text{R}^2$ は $\text{R}^1$ 以外の基で、具体的には、水素原子、又は炭素数1～10の非置換又は置換1価炭化水素基、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、オクチル基などのアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基の他、グリシジル基、メタクリル基、アクリル基、メルカプト基、アミノ基を含有する置換基等が挙げられる。

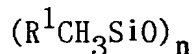
$\text{R}^3$ は $\text{R}^1$ 又は $\text{R}^2$ であり、 $a = 2 \sim 10$ 、 $b = 0 \sim 8$ 、 $a + b = 2 \sim 10$ 、 $m = 2 \sim 10$ を満たす数である。

#### 【0024】

また、環構造体としては、



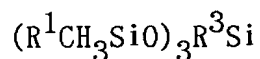
で示されるものが好ましく、更に好ましくは、



で示されるものである。ここで、 $c = 2 \sim 5$ 、 $d = 0 \sim 3$ 、 $c + d = 3 \sim 5$ 、 $n = 3 \sim 5$ を満たす数であり、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ は上記の通りである。

#### 【0025】

分岐構造体としては、



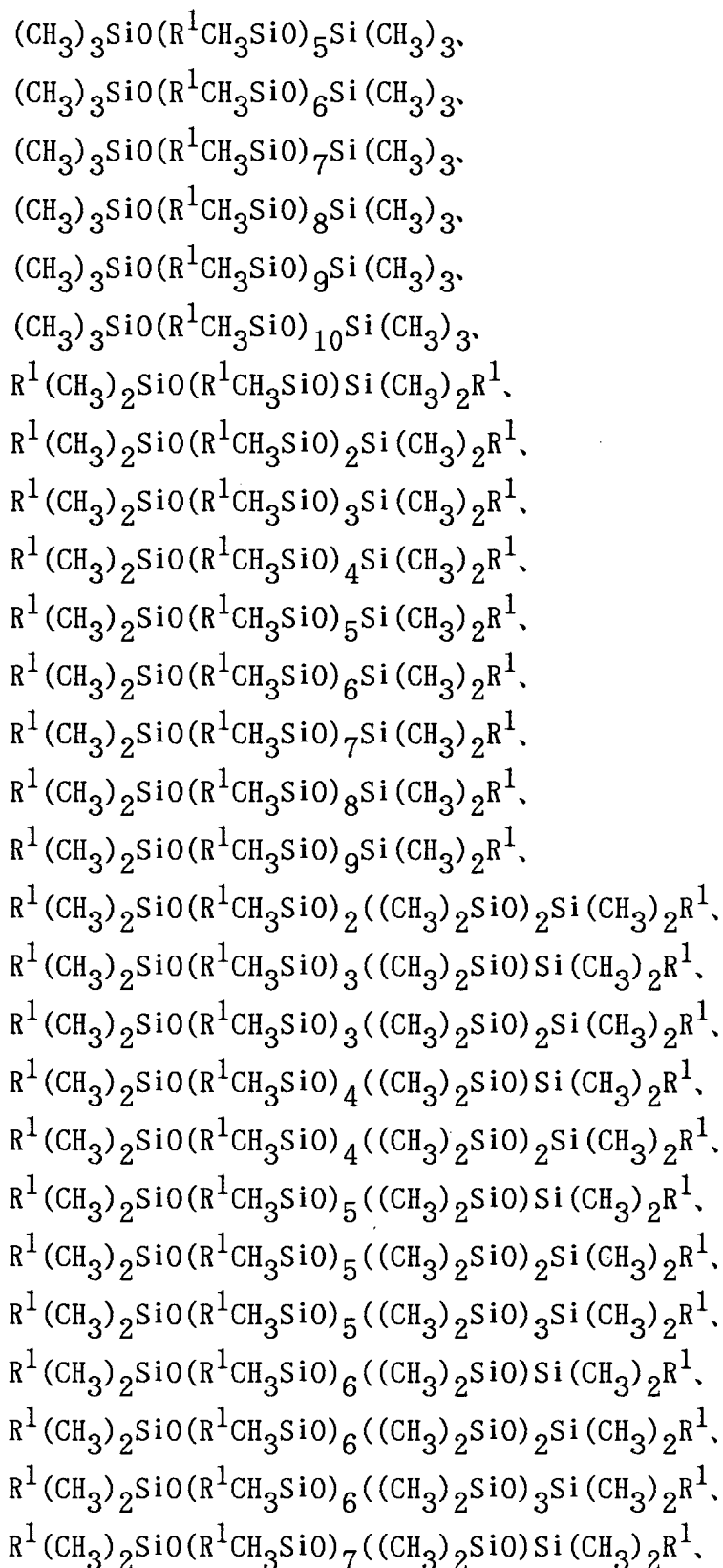
で示されるものが好ましい（ $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^3$ は上記の通り）。

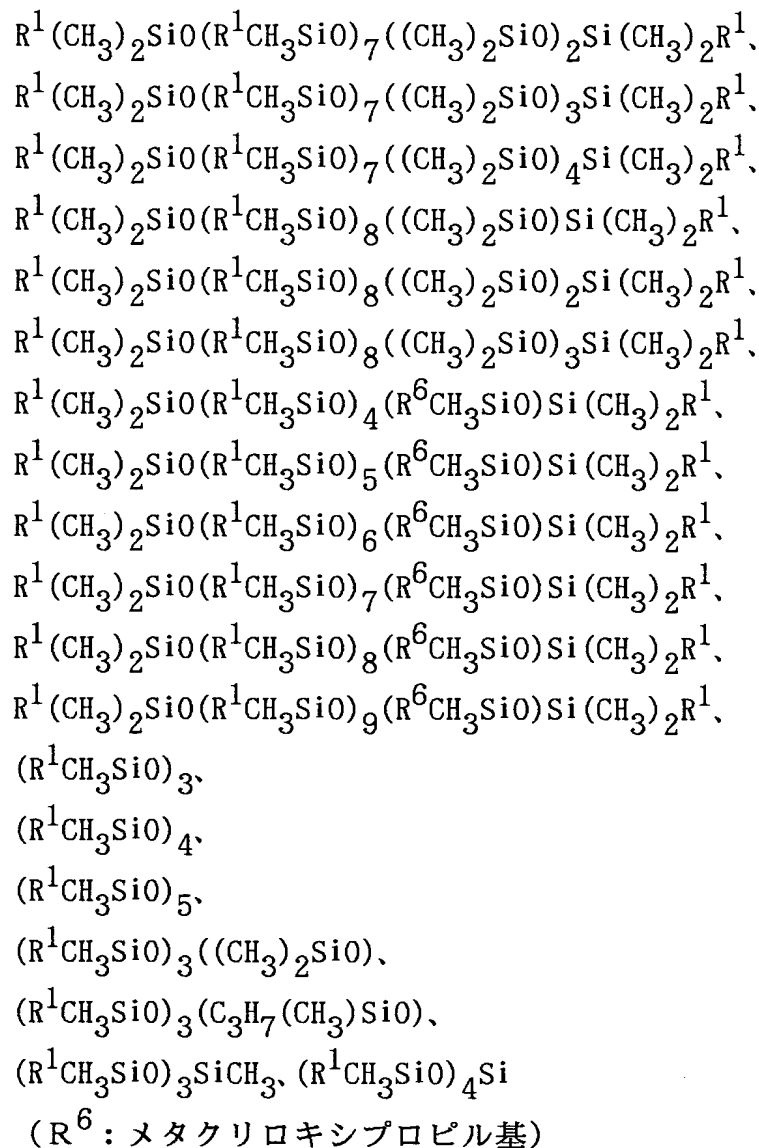
#### 【0026】

これら化合物は、ハイドロジェンポリシロキサンに4-ビニルシクロヘキセンオキシドを白金化合物などの触媒を用い、付加反応（ヒドロシリル化）させることによって得ることができる。

【0027】

具体的な化合物としては、





等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

本発明において、高屈折率層を形成するコーティング剤（１）は、上記（Ａ）成分と、（Ｂ）成分及び／又は（Ｃ）成分とを主成分とし、低屈折率層を形成するコーティング剤（２）は、（Ｄ）成分と、（Ｂ）成分及び／又は（Ｃ）成分とを主成分とするものであるが、この場合、（Ａ）成分と（Ｂ）成分を主成分とするコーティング剤（１）、（Ｄ）成分と（Ｃ）成分を主成分とするコーティング剤（２）で構成することにより、透明性が高くなることから、特に好ましい。

【 0 0 2 9 】

なお、（Ａ）成分と（Ｂ）成分は、固形分の割合として、１０／９０～９０／

10、特に20/80～70/30（重量比）の範囲で任意に混合し、コーティング剤（1）を調製することができ、また、（D）成分と（C）成分は、固形分の割合として、10/90～90/10、特に20/80～70/30（重量比）の範囲で任意に混合し、コーティング剤（2）を調製することができる。

### 【0030】

上記（B）成分を含むコーティング剤を光照射することで硬化させるためには、（E）成分が必要である。（E）成分は配合した各成分に溶解可能なラジカル重合開始剤であり、光照射によってラジカルを発生させる能力があるならば、特に使用は限定されない。具体的には、ジエトキシアセトフェノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、4'-イソプロピル-2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオフェノン、2-ヒドロキシメチル-2-メチルプロピオフェノン、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン、p-ジメチルアミノアセトフェノン、p-ターシャリブチルジクロロアセトフェノン、p-ターシャリブチルトリクロロアセトフェノン、p-アジドベンザルアセトフェノン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-モルフォリノプロパノン-1、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタノン-1、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテル、ベンゾイン-n-ブチルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、ベンジル、アニシル、ベンゾフェノン、o-ベンゾイル安息香酸メチル、ミヒラーケトン、4,4'-ビスジエチルアミノベンゾフェノン、4,4'-ジクロロベンゾフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチルジフェニルスルフィド、チオキサントン、2-メチルチオキサントン、2-エチルチオキサントン、2-クロロチオキサントン、2-イソプロピルチオキサントン、2,4-ジエチルチオキサントン、ビス（シクロペンタジエニル）-ビス（2,6-ジフルオロ-3-(ピル-1-イル)チタニウム、1-(4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル)-2-ヒドロキシジ-2-メチル-1-プロパン-1-オン等が挙げられる。

これらのラジカル重合開始剤は、1種又は2種以上のものを所望の性能に応じ

て配合して使用することができる。

#### 【0031】

(E) 成分のラジカル重合開始剤は、(B) 成分のラジカル重合性化合物に対して、好ましくは0.05～20重量%、より好ましくは0.1～15重量%配合される。この範囲を上回ると十分な強度が得られないことがあり、下回ると樹脂が十分硬化しない場合がある。

#### 【0032】

一方、上記(C)成分を含むコーティング剤を光照射することで硬化させるためには、(G)成分が必要である。(G)成分は配合した各成分に溶解可能な光酸発生剤であり、光照射によってエポキシ環を開かせる能力のある光開始剤であるならば、特に使用は限定されない。

#### 【0033】

好適な光開始剤としては、オニウム塩系光開始剤で、その具体例としては $R^7_2I^+X^-$ 、 $R^7_3S^+X^-$ 、 $R^7_2R^8S^+X^-$ 、 $R^7R^8_2S^+X^-$ 、 $R^7_3Se^+X^-$ 、 $R^7_4P^+X^-$ 、 $R^7N_2^+X^-$  (式中、 $R^7$ はアリール基、 $R^8$ はアルキル基、 $X^-$ は $SbF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $BF_4^-$ 、 $HSO_4^-$ 、 $ClO_4^-$ 、 $Cl^-$ 、 $CF_3SO_3^-$ などの陰イオン)で示されるジアリールヨードニウム塩、トリアリールスルホニウム塩、モノアリールジアルキルスルホニウム塩、トリアリールセレノニウム塩、テトラアリールホスホニウム塩、アリールジアゾニウム塩等が挙げられる。

#### 【0034】

特に、(D)成分との相溶性の観点から、 $R^4_2I^+X^-$  ( $R^4$ は $-C_6H_4-R^5$ で示される基であって、 $R^5$ は炭素数6以上、好ましくは6～30、特に6～20のアルキル基を示し、 $X^-$ は $SbF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $BF_4^-$ 、 $HSO_4^-$ 、 $ClO_4^-$ 、 $Cl^-$ 又は $CF_3SO_3^-$ である)で表されるものであることが好ましい。

#### 【0035】

この光カチオン開始剤[(G)成分の光酸発生剤]の添加量は、(C)成分100重量部に対して0.1～5重量部とすればよい。この量が0.1重量部より少ないと硬化性が不十分となって硬化膨張が起こらなくなるおそれがあり、5重

量部より多く添加しても、それ以上の効果はなく、コスト的に問題が出てくるおそれがある。

## 【 0 0 3 6 】

なお本発明の必須成分に、目的を損なわない範囲で、アクリル樹脂やシリコン樹脂、消泡剤、レベリング剤、滑り剤等の塗料用添加剤を配合してもよい。

## 【 0 0 3 7 】

コーティング剤（１）及びコーティング剤（２）には、（Ｆ）、（Ｈ）成分の溶剤をそれぞれ含有していてもよく、この溶剤としては、各成分を均一に溶解させるものであれば特に制限されない。好ましくは、メタノール、エタノール、イソプロパノール、ブタノール、オクタノール、ダイアセトンアルコール、プロピレングリコールモノメチルエーテル等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；酢酸エチル、酢酸ブチル、乳酸エチル、 $\gamma$ -ブチロラクトン、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等のエステル類；エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル等のエーテル類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；ジメチルフォルムアミド、ジメチルアセトアミド、Ｎ-メチルピロリドン等のアミド類を挙げることができる。中でも、メタノール、イソプロパノール、ブタノール、ダイアセトンアルコール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンが特に好ましい。

## 【 0 0 3 8 】

なお、コーティング剤（１）、（２）は、薄膜にするために、それぞれのコーティング剤の固形分濃度を０．１～２０重量％にするよう調整することが好ましい。

## 【 0 0 3 9 】

本発明の反射防止膜は、基材上の少なくとも一面に、コーティング剤（１）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成し、更にコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成することにより得られ、得られた物品は反射防止膜付き物品となる。

## 【 0 0 4 0 】

反射防止膜を積層する基材は、ガラス、プラスチック性基材又はフィルムからなるものが好ましい。プラスチック性基材又はフィルムの材質としては、例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、アクリル、ポリ塩化ビニール、ナイロン、ポリアクリロニトリル系、ポリカーボネイト、ポリイミド、TAC等を挙げることができる。また、界面活性剤や導電性粒子を配合することにより導電性、低抵抗性としたものでもよい。

## 【 0 0 4 1 】

また、転写により反射防止膜付き物品を製造する場合は、仮の基材上の一面に必要な応じて剥離層を形成し、その上にコーティング剤（２）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（２）を形成し、更にコーティング剤（１）を塗布し、活性化エネルギー線の照射により硬化被膜（１）を形成したものに、更に反射防止膜を積層する基材に貼り付けるための接着剤層あるいは粘着剤層を設けた反射防止膜形成用積層体を用い、それを反射防止膜を積層する基材に該反射防止膜形成用積層体の接着剤あるいは粘着剤によって貼り付けた後、仮の基材を剥離することにより得られる。なお、仮の基材としては、上記した基材と同様のものが挙げられ、また、剥離層としてはフッ素系樹脂層、シリコン系樹脂層等が挙げられる。

## 【 0 0 4 2 】

接着剤あるいは粘着剤は、コーティング剤（１）に密着すれば、その種類に制限はなく、例えば、ポリイソブレン系、スチレンーブタジエンランダム共重合体系、スチレンーイソブレンブロック共重合体系、ブチルゴム、ポリイソブチレン、アクリル系、シリコン系等の各種接着剤あるいは粘着剤を使用できる。これらの接着剤あるいは粘着剤は市販品として容易に入手できる。粘着強度は転写被基材の材質によって選択すればよい。

## 【 0 0 4 3 】

コーティング剤（１）、（２）の塗装方法は、スピンコート、ロールコート、グラビアコート、グラビアオフセットコート、カーテンフローコート、リバー



コート、スクリーン印刷、スプレー、浸漬法等で特に限定されるものではないが、塗工膜厚がコントロールできる方法がよく、スピコート法、グラビアコート等が好ましい。それぞれの膜厚は、コーティング剤（１）を 10～5,000 nm、好ましくは 50～3,000 nm、コーティング剤（２）を 5～5,000 nm、好ましくは 25～1,500 nm となるようにし、各層の膜厚を入射光が干渉を起こす最適な膜厚に調整すればよい。

#### 【0044】

ここで、膜厚の調製は各層塗工時の固形分調整、即ち溶剤希釈倍率の変更によって容易に達成できる。また、入射光が干渉を起こす最適な膜厚は、入射光の波長を  $\lambda$  とすると、高屈折率層の光学膜厚において  $\lambda/2$  とし、低屈折率層の光学膜厚において  $\lambda/4$  となり、この関係に近いほど好ましい。硬化させるための光源としては、通常、200～450 nm の範囲の波長の光を含む光源、例えば高圧水銀灯、超高圧水銀灯、キセノン灯、カーボンアーク灯などを使用することができる。

#### 【0045】

##### 【実施例】

以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

##### 【実施例 1】

チタンを主成分とする複合酸化物ゾル（エタノール分散、固形分 20 重量%、商品名オプトレイク、触媒化成製）100 重量部、トリメチロールプロパントリアクリレート 20 重量部、ダロキュアー 1173（チバスペシャルティーカーミカルズ製）1 重量部、エタノール 1050 重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテル 80 重量部、ジアセトンアルコール 80 重量部を混合して、固形分 3 重量%の高屈折率用コーティング剤 A を得た。

この塗工液をポリエチレンテレフタレート上に浸漬法で塗工し、紫外線を照射（水銀ランプ 600 mJ/m<sup>2</sup>）して硬化させた。

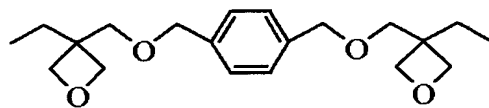
中空シリカゾル（イソプロピルアルコール分散、固形分 20 重量%、商品名 O S C A L 触媒化成製）100 重量部、オキセタン化合物（式 1）20 重量部、（

$\text{C}_{12}\text{H}_{25}-\text{C}_6\text{H}_4)_2-\text{I}^+ \cdot \text{SbF}_6^- \cdot \text{O}$ 、8重量部、エタノール720重量部、プロピレングリコールモノメチルエーテル80重量部、ジアセトンアルコール80重量部を混合して、固形分4重量%の低屈折率用コーティング剤Iを得た。

この塗工液を先程塗工した被膜上に同様に浸漬法で塗工し、硬化させて、反射防止膜を形成した。この反射防止膜の550nmにおける反射率0.8、全光線透過率97.2%、ヘーズ値0.8であった。また、耐摩耗性試験（ネル布1000往復）は異常はなかった。

【0046】

【化1】



(式1)

【0047】

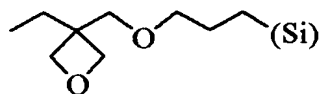
【実施例2】

コーティング剤A中のトリメチロールプロパントリアクリレートをビスコート540（ビスフェノールAジアクリレート、大阪有機化学製）に変更してコーティング剤Bを得た。また、コーティング剤I中のオキセタン化合物（式1）を（ $\text{R}^{\text{OX}}\text{CH}_3\text{SiO}$ ）<sub>4</sub>（ $\text{R}^{\text{OX}}$ ：式2）に変更してコーティング剤IIを得た。実施例1と同様にして反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の550nmにおける反射率0.6、全光線透過率97.7%、ヘーズ値0.7であった。また、耐摩耗性試験（ネル布1000往復）は異常はなかった。

【0048】

【化2】



(式2)

【0049】

【実施例3】

実施例1のコーティング剤I中のオキセタン化合物（式1）を（ $\text{R}^{\text{e}}\text{CH}_3\text{SiO}$ ）<sub>4</sub>（ $\text{R}^{\text{e}}$ ：3,4-エポキシシクロヘキシルエチル）に変更してコーティング

剤 I I I を得た。実施例 1 と同様にして反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 0. 7、全光線透過率 9 6. 4 %、ヘーズ値 0. 8 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常はなかった。

#### 【 0 0 5 0 】

##### 〔実施例 4〕

実施例 1 のコーティング剤 A 中のトリメチロールプロパントリアクリレートをビスコート 5 4 0（ビスフェノール A ジアクリレート、大阪有機化学製）に変更してコーティング剤 B を得た。

コーティング剤 I 中のオキセタン化合物（式 1）を  $(R^eCH_3SiO)_4$  ( $R^e$ : 3, 4-エポキシシクロヘキシルエチル) に変更してコーティング剤 I I I を得た。実施例 1 と同様にして反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 0. 2、全光線透過率 9 8. 3 %、ヘーズ値 0. 5 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常はなかった。

#### 【 0 0 5 1 】

##### 〔実施例 5〕

実施例 4 で使用した基材ポリエチレンテレフタレートを T A C に変更して同様に行い、反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 0. 3、全光線透過率 9 8. 0 %、ヘーズ値 0. 4 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常はなかった。

#### 【 0 0 5 2 】

##### 〔実施例 6〕

実施例 1 中のコーティング剤 A 中のトリメチロールプロパントリアクリレートをビスコート 5 4 0（ビスフェノール A ジアクリレート、大阪有機化学製）に変更してコーティング剤 B を得た。また、コーティング剤 I 中のオキセタン化合物（式 1）をビスコート 5 4 0（ビスフェノール A ジアクリレート、大阪有機化学製）に、 $(C_{12}H_{25}-C_6H_4)_2-I^+ \cdot SbF_6^-$  0. 8 重量部をダロキュアー 1

1 7 3 1 重量部に変更してコーティング剤 I V を得た。実施例 1 と同様にして反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 1 . 3、全光線透過率 9 3 . 2 %、ヘーズ値 2 . 3 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常はなかった。

【 0 0 5 3 】

〔実施例 7〕

実施例 1 中のコーティング剤 A 中のトリメチロールプロパントリアクリレート  
をビスコート 5 4 0（ビスフェノール A ジアクリレート、大阪有機化学製）に変更してコーティング剤 B を得た。また、コーティング剤 I 中のオキセタン化合物  
（式 1）2 0 g をビスコート 5 4 0（ビスフェノール A ジアクリレート、大阪有機化学製）1 0 g と  $(R^eCH_3SiO)_4$  ( $R^e$ : 3, 4-エポキシシクロヘキシルエチル) 1 0 g に、 $(C_{12}H_{25}-C_6H_4)_2-I^+ \cdot SbF_6^-$  0 . 8 重量部を（ $C_{12}H_{25}-C_6H_4)_2-I^+ \cdot SbF_6^-$  0 . 4 重量部とダロキュアー 1 1 7 3 0 . 5 重量部に変更してコーティング剤 V を得た。実施例 1 と同様にして反射防止膜を形成した。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 0 . 9、全光線透過率 9 4 . 4 %、ヘーズ値 1 . 4 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常はなかった。

【 0 0 5 4 】

〔実施例 8〕

仮のポリエチレンテレフタレート基材上にコーティング剤 I I I を塗工し、紫外線を照射（水銀ランプ 6 0 0 m J / m<sup>2</sup>）して硬化させた。更にこの被膜上にコーティング剤 B を塗工し、紫外線を照射（水銀ランプ 6 0 0 m J / m<sup>2</sup>）して硬化させた。更に、アクリル系粘着剤を塗工して、反射防止性能を付与したい別のポリエチレンテレフタレート基材に貼り付け、仮のポリエチレンテレフタレート基材を剥離して、反射防止膜を得た。

この反射防止膜の 5 5 0 n m における反射率 0 . 3、全光線透過率 9 8 . 0 %、ヘーズ値 0 . 6 であった。また、耐摩耗性試験（ネル布 1 0 0 0 往復）は異常

はなかった。

【 0 0 5 5 】

〔比較例 1〕

実施例 3 中のコーティング剤 I I I 中の中空シリカゾルを空隙のないシリカゾル (MEK 分散、固形分 2 0 重量%、商品名 MEK - S T) に変更してコーティング剤 X を得た。実施例 1 と同様に行い、コーティング膜を得た。

この被膜の 5 5 0 n m における反射率 4 . 7、全光線透過率 9 4 . 1 %、ヘーズ値 0 . 1 であった。また、耐摩耗性試験 (ネル布 1 0 0 0 往復) は被膜が剥離してしまった。

【 0 0 5 6 】

〔比較例 2〕

仮のポリエチレンテレフタレート基材上にフッ素を含有する低屈折率コーティング剤の被膜を形成した。この被膜上にコーティング剤 B を塗工しようとする、はじいてしまい被膜形成できなかった。

【 0 0 5 7 】

比較例 1 より、空隙を有するシリカゾルを使用しないと反射防止能が得られず、膜も剥離してしまう。

比較例 2 より、フッ素系低屈折率コーティング剤では転写型の反射防止膜を構成することはできない。

【 0 0 5 8 】

【発明の効果】

本発明によれば、低屈折率層にフッ素化合物を含有していないにもかかわらず高いレベルの反射防止能を有し、活性化エネルギー線の照射により硬化し、高硬度、透明性、密着性、処理コスト、処理時間に優れた反射防止膜を得ることができる。また、フッ素化合物を含有していないため低屈折率層上に高屈折率層を形成することができる転写型の反射防止膜形成用積層体を得ることができる。

【書類名】                      要約書

【要約】

【解決手段】     (A) 酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、酸化スズ及びこれらの複合酸化物から選ばれる金属酸化物微粒子、

(B) アクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる基を有する化合物及び／又は (C) エポキシ基及びオキセタン基から選ばれる基を 2 個以上有する化合物を含むコーティング剤の硬化物からなる高屈折率層、

(D) 内部に空隙を有するシリカ系無機酸化物微粒子、

(B) アクリル基、メタクリル基、ビニル基及びスチリル基から選ばれる基を有する化合物及び／又は (C) エポキシ基及びオキセタン基から選ばれる基を 2 個以上有する化合物を含むコーティング剤の硬化物からなる低屈折率層とが順次積層された反射防止膜。

【効果】     本発明によれば、高いレベルの反射防止能を有する。

【選択図】     なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日	1990年 8月22日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区大手町二丁目6番1号
氏 名	信越化学工業株式会社